INSTITUT NATIONAL

DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

(11) Nº de publication :

(A n'utiliser que pour les commandes de reproduction).

PARIS

Α1

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

N° 73 21957 **21**).

- Procédé de liaison brasée de qualification spatiale. (54)
- B 23 K 1/04; B 64 G 1/00. Classification internationale (Int. Cl.²). **(51)**
- 15 juin 1973, à 15 h 50 mn. Date de dépôt
- Priorité revendiquée :
 - (41) Date de la mise à la disposition du public de la demande B.O.P.I. — «Listes» n. 2 du 10-1-1975.
 - Déposant : Société anonyme dite : SOCIÉTÉ NATIONALE INDUSTRIELLE 77) AÉROSPATIALE, résidant en France.
 - Invention de : François Georges Louis Bertholet. (72)
 - Titulaire: Idem (71) (73)
 - Mandataire : Simonnot, Rinuy, Santarelli. 74

La présente invention concerne un procédé de liaison brasée et plus particulièrement un traitement thermique de chauffage de zone intéressée par le brasage entre un alliage de titane et un acier inoxydable.

Le problème se pose souvent dans les techniques spatiales de réaliser des jonctions mécaniques dans un circuit de fluide entre un réservoir d'hélium et une électrovanne par exemple, alors que les embouchures des appareils ne sont pas du même métal.

Ainsi, des tubulures en alliage de titane ou en titane doivent se raccorder sur des tubulures en acier inoxydable, et l'on sait que l'incompatibilité métallurgique de ces métaux et alliages rend leur union par soudage autogène ou par brasage sinon impossible, tout au moins très délicate à réaliser, si

15 l'on tient compte de la qualification spatiale qu'une telle jonction doit présenter dans le domaine de la résistance mécanique statique, de la résistance aux vibrations (fatigue et fragilité), de l'étanchéité en ultra-vide et de la résistance à la corrosion en ambiance spatiale.

Légende du tableau

- S: Formation de solutions solides:

Ductilité excellente, résistance au moins égale à celle des matériaux de base, soudure excellente par toutes les méthodes.

25 - C: Structure complexe:

20

- Exemple : grains de solution solide de différents % mélangés à grains eutectiques.
 Ductilité variable, légère fragilité : on devra expérimenter le joint qui presque toujours pourra convenir.
- 30 X: <u>La combinaison forme toujours des composés intermétal</u><u>liques très cassants</u>.
 - D: Systèmes connus incomplètement, sans composé défini connu.
 A utiliser avec beaucoup de précaution.
 - N : Systèmes inconnus dans la littérature.

| - 1 |
|------|
| _1 |
| - |
| |
| |
| |
| μÌ |
| М. |
| - 11 |
| H |
| ഹി |
| Q! |
| |
| ⋖. |
| - '1 |
| E۱ |
| E 18 |
| |

| | A.P. | Al | Au | 8 | ន | ဗိ | g | ຽ | 년 (| Mg | Mr | O Si | Se Co | N. | Pb | Pt 1 | Re S | Sn T | TA TI | 1 Va | <u>~</u> | Zr | 1 |
|--|-------|-------|-------|----------|-----------------|-------|-------|-------------|----------|----------|----|---------|-------------|-------|-----|--------------|------|-------------|-------|--------|----------|----------|------------------|
| History | ę l | ع ا | ω. | × | 0 | А | D | 0 | А | × | b | ۵. | × | ت | Ö | ω C | Н | ς X | ט | Ì | A | × | |
| ARGENT | | , | . , | . 0 | · × | × | × | σ | × | ۵ | × | × | × | × | Ö | × | z | C X | × | - | X | × | |
| ALUMINIUM | ه ا د | | 4 | , , | : > | | ٦ | ω | 0 | × | × | b | N N | മ | × | 20 | 2 | × | N X | | Z A | × | |
| 0प्र. | מ | 4 | | ۱ ۱ | ; ; | , , | 5 | , . | | ķ | ~ | × | > | | × | × | | l A | × | | × | × | : |
| BERYLLIUM | × | 0 | × | | 4 | ۱ | ۱ | $\langle $ | 4 | 4 | | | | . , | | | | ŀ | > | | 12 | ٦ | |
| CADMITUM | ບ | N | × | * | | А | А | × | e. | ω | ۵ | z | z | A | 0 | ~ | 2 | 1 | | | | | |
| COBALF | A | × | D | × | A, | | ט | Ö | ັບ | × | ರ | × | × | മ | 0 | _ω | 2 | × | × | | | | 1 |
| CITECHEE | 5 | × | A | × | А | 5 | | Ö | Ö | × | ບ | ß | × | 5 | 0 | 5 | ß | 5 | K | | - 1 | | |
| CITATION OF THE PROPERTY OF TH | 5 | 0 | တ | × | × | 0 | Ö | | О | × | മ | A | ט | Ω | ت | <u>ب</u> | A | 5 | U X | | 6 | × | |
| COLVAN | ء د | , × | 5 | M | Ð | 0 | 6 | O | | А | Ö | უ. | × | ים | ຶ | က | × | × | × | | χ X | × | |
| 7. F. | 4 ه | ۶ . د | , , | × | . 02 | × | × | × | A | | A | A | z | × | × | × | z | × | N | ė. | E. | _ | |
| MAGNEST OF | 4 | , | ۱ | | | ۱ ا | . 8 | 7 | 1 | Þ | | 6 | > | | 5 | × | z | × | X | | × | ۲. | |
| MATGANESE | 5 | × | M | × | A | 0 | | 2 | ، اد | 4 | 1 | 4 | 4 | , | ٠ | ٠٤ | × | | ŀ | 82 | מז | b4 62 | • |
| MOLTENBRE | A | × | | × | Z. | × | w. | | 0 | ا إد | - | | | 4 1 | 2 2 | , | , | | | - DZ | 1 | 62 | |
| NTOBIOM | Z | × | Z | × | Z | × | × | 0 | × | z | × | χ. | , | ∢ | 2 6 | م ا | 4 6 | \ \ \ | |) × | 1 | | |
| NTCKEL | . ບ | × | മ | × | A | ß | ٥ | O. | 5 | \times | • | × | 4 | | 2 | ۱ ام | | 4 4 | | ١, | 1 | | |
| 210,13 | O | g | × | × | Ö | 0 | | О | р | × | 0 | A | Z | 5 | | × | 25 | J | | ∢ : | 1 | | |
| DIACIPE | Ø | × | တ | × | × | יט | D | Ω | Ω | × | × | Б | × | g) | × | | 5 | × | | × ; | ŀ | | |
| MILLNER | Б | N | z | × | Z | ß | S | A | × | Z | Z | × | × | Д | Z | ا ا | | Α. | | < | 1. | \ . | |
| NTATA | Ö | מ | × | Α | О | × | ٥ | O | × | × | × | А | × | × | 0 | × | A : | | | ا د | 1 | | \ \ \ \ |
| # 1977 A TO | × | × | N | А | , z a | × | × | А | × | Z | × | Ø | တ | × | z | × | × | \times | | 2 | 1 | | |
| TAKTADE | 5 | > | × | × | × | × | Ņ | × | × | А | × | Ø | Ø | × | × | × | × | × | S | | 20 | 1 | 2 |
| TIALB | 1 | 4 > | ٦ | ۱ ۲ | F | × | F | · A | മ | × | × | മ | Ø | × | z | × | А | × | × | 23 | | S | × |
| VANADIUM | 9 | 4 | = | } | ¥ | × | v. | A | × | A | Q. | Ø | | × | Ð | Ø | × | А | ß | 5 | 722 | | |
| TUNGSTENE | ا ا | 4 | Z . | 4 > | 4 | * | 7 | ۲ | × | ٦ | × | × | Ø | × | · × | × | × | × | g | 20 | × | × | |
| ZIRCONIUM | × | × | 4 | 4 | 7 | 4 | 4 | 1 | 1 | | | | | | | | | | - | | | • | |

Ce tableau montre la nature des composés formés : ans une liaison soudée entre métauxde nature différente, bien que cette liaison soit effectuée dans les conditions optimales du soudage autogène par bombardement électronique sous vide.

Comme on peut le constater sur ce tableau, les composés entre titane et chrome sont parfaitement compatibles alors que les composés entre titane et fer et entre titane et nickel sont très fragiles. Du fait de leur présence dans les aciers inoxydables, une telle liaison n'est pas admise en technologie spatiale.

Si les solutions de soudage autogène sont peu souhaitées pour les raisons évoquées ci-dessus, il est par contre possible de définir un mode particulier de liaison brasés sous vide, dans la mesure où de nombreuses tentatives de jonctions brasées ont déjà été expérimentées à ce jour.

10

Il est bien connu à cet égard que les alliages de titane ou le titane et l'acier inoxydable se prêtent séparément au brasage sous vide par des alliages de brasure bien déterminés et l'on peut citer à titre non limitatif les compositions suivantes de brasure pour le brasage des alliages de titane ou le titane avec eux-mêmes :

Composition de brasure Ti 4,5 % - Zr 5 % - Be le reste

' " Ti 15 % - Cu 15 % - Ni le reste

" Ag 72 % - Cu 28 %

" Al 68 % - Ag 32 %

et pour l'acier inoxydable avec lui-même :

10.

30

35

Ag, Au, Cu, Ni, Cr, Pd en % variable.

Cependant, à la connaissance de la Demanderesse, aucune liaison brasée de qualité spatiale entre des alliages de titane ou du titane et de l'acier inoxydable n'a encore pu être réalisée.

Il en est de même pour une liaison brasée entre des alliages de titane ou du titane et le matériau connu sous le nom d'"INCONEL" et pour une liaison brasée entre du titane ou un alliage de titane et du ferrochrome.

La présente invention fournit donc un procédé de liaison brasée sous vide de qualité spatiale entre des éléments en alliage de titane ou titane avec de l'acier inoxydable, ce procédé mettant essentiellement en oeuvre un mode d'élaboration de la géométrie du joint, une brasure eutectique or-nickel et un traitement thermique de chauffage particulier.

D'autres avantages et caractéristiques ressortiront de la description détaillée qui va suivre, faite en regard des dessins annexés et donnant à titre explicatif, mais nullement limitatif, plusieurs formes de réalisation conformes à l'invention.

Sur ces dessins:

la figure 1 est une vue schématique d'un raccordement entre deux organes de satellite ;

la figure 2 est une coupe photographique pratiquée dans un joint brasé de la figure 1 ;

la figure 3 est un diagramme de chauffage suivant l'invention ;

les figures 4 et 5 sont des coupes micrographiques pratiquées dans la jonction de la figure 2.

En se reportant à la figure 1, on voit le schéma d'une installation de fluide sur un satellite artificiel dans laquelle un réservoir HP repéré 1 est relié à une électro-vanne 2 commandant une tuyère 3 par deux liaisons tubulaires homogènes 4 et 5 et une liaison tubulaire hétérogène 6.

Dans une telle disposition, les liaisons 4 et 5 de type homogène, c'est-à-dire acier inoxydable avec acier inoxydable 10 ou alliage de titane avec alliage de titane, sont réalisées de manière connue et de préférence par soudure autogène, tandis que la liaison 6, entre les éléments 7 et 8, qui est nécessairement de type hétérogène est obtenue conformément à l'invention.

La figure 2, qui est une vue micrographique au grossisse15 ment 12 pratiquée sur une coupe de la liaison 6 de la figure 1,
montre l'aspect d'une telle liaison brasée entre l'élément tubulaire 7 qui est un tube de 6,35 mm de diamètre extérieur en alliage
de titane T.40 et l'élément tubulaire qui est en acier inoxydable
du type Z3 CN-18-10 de 8 mm de diamètre extérieur.

20 Une telle liaison est obtenue, en pratique, de manière ci-après :

Les tubes à braser sont tout d'abord préparés par recuit sous un vide de 10⁻⁶ torr pendant 15 minutes à 800°C, après nettoyage soigné par solvant au bac ultra-sons. L'exposition à l'air 25 ambiant doit toutefois être limitée à 10 jours environ afin d'éviter la formation de film d'oxyde sur titane et inox rendant le brasage plus difficile. La brasure du type eutectique or-nickel est prédisposée par spires enroulées/le plus petit tube dans la zone de jonction et se présente sous la forme d'un fil de 0,05 mm 30 correspondant à environ 3 fois le volume du joint à chaud.

Les jeux du joint sont prévus de telle sorte que, prévus entre 0,01 mm et 0,05 mm à "froid", ils se situent entre 0,07 mm et 0,12 mm à "chaud" pour déterminer un film de brasure à "froid" d'épaisseur comprise entre 0,03 mm et 0,06 mm.

35 Le cycle thermique de brasage qui s'effectue au four à vide commence, comme on le voit sur la figure 3, par une montée

à la température T¹ correspondant à un palier de stabilisation thermique de l'ordre de 920° poursuivi pendant une durée t² - t¹ de l'ordre de 5 à 10 minutes, puis par une nouvelle montée à la température T2, correspondant à une température voisine du début théorique de la fusion de la brasure située vers 950°C, suivie d'une dernière montée plus lente à la température T^3 correspondant à une température inférieure à la formation de l'eutectique titane-acier inoxydable, de telle sorte que la zone de brasage qui est définie par la partie hachurée de la fi-10 gure 3, se poursuive pendant la durée t⁴ - t³ de l'ordre de 2 à 3 minutes avant la chute de température rapide jusqu'à 800°C puis lentement depuis 800°C jusqu'à l'ambiante.

5

20

25

30

35

Les microphotographies des figures 4 et 5 au grossissement 500, qui correspondent aux zones 9 et 10 de la figure 2, mon-15 trent l'aspect d'une telle brasure une fois terminée.

Ces micrographies indiquent la parfaite liaison tant du côté alliage de titane repéré 7 que du côté acier inoxydable repéré 8 et la brasure repérée 11 peut même montrer une phase très fine mise en évidence par une ligne sombre en bordure repérée 12 sur la figure 5.

En fait, l'or qui fait partie intégrante de la brasure peut avoir une répartition homogène ou hétérogène dans la totalité du joint et les aspects métallurgiques, propres au genre de brasage conforme à l'invention, peuvent bien entendu être toujours mis en évidence par des analyses micrographiques appropriées.

Le type de jonction exposé n'est pas limité à la forme de réalisation décrite, mais peut englober au contraire tous les cas où une liaison brasée de qualité spatiale entre un alliage de titane du genre T40-TA3V2,5 ou un titane du genre TA6V et l'acier inoxydable s'avère nécessaire.

Il en est de même pour une liaison brasée entre un alliage de titane des genres précités et le matériau connu sous le nom d'"INCONEL" et pour une liaison brasée entre un tel alliage et le ferrochrome.

A titre indicatif, on précise le mode opératoire de

l'essai de qualification spatiale de la liaison brasée décrite dans le texte, avec les tubes de 6,35 mm de diamètre.

L'essai d'étanchéité sous vide est pratiqué par la méthode du jet d'hélium, à la limite de sensibilité d'un détecteur de type "ALCATEL", qui pour une différence de pression de 1 bar détecte un niveau de fuite $\sqrt{10^{-7}}$ N cm³/S He.

L'essai d'étanchéité sous pression de 250 bars d'hélium mené par la méthode dite de "reniflage" à la limite de sensibilité du détecteur, n'a révélé aucune fuite d'où, pour une différence de pression de 250 bars, un niveau de fuite \$\lambda 5.10^{-7} N cm³/s.

Par ailleurs, le "timbrage" à 500 bars a été positif et n'a révélé à la radio aucune crique postérieure de même que l'essai d'éclatement produisant la rupture à 100 bars ne déterminait qu'une contrainte d'environ 85 hecto bars seulement.

Enfin, les essais de vibration entre 10 et 2 000 Hz avec des accélérations de 3 à 5 g en sinusoidal et de 19 g en aléatoire pendant 4 minutes, n'ont pas affecté la brasure qui a conservé son étanchéité et ses caractéristiques mécaniques sous timbrage de 500 bars.

15

Il va de soi que la présente invention a été décrite ci-dessus à titre d'exemple indicatif, mais nullement limitatif et que l'on pourra introduire toute équivalence entre ses éléments constitutifs sans sortir de son cadre défini par les revendications annexées.

REVENDICATIONS

- 1. Procédé de liaison brasée de qualité spatiale, caractérisé en ce qu'il prévoit une liaison présentant, conjointement, une géométrie particulière du joint, une préparation spéciale métallurgique ainsi que des surfaces et un cycle thermique déterminé produisant la fusion d'un alliage eutectique or-nickel prédisposé dans la zone de liaison ; ladite géométrie consistant à prévoir un jeu à "froid" amenant un jeu à "chaud" convenant à l'assemblage et déterminant un film de 10 brasure à "froid" d'épaisseur moyenne située entre 0,03 mm et 0.06 mm. ladite préparation spéciale métallurgique et des surfaces consistant en un recuit sous vide de 10⁻⁶ torr à 800°C pendant 15 minutes et un nettoyage poussé aux ultra-sons, un cycle thermique consistant en un premier palier de chauffage 15 pendant une durée de 5 à 10 minutes à une température de l'ordre de 900°C puis une deuxième période de chauffage de 2 à 3 minutes à une température située entre le début théorique de la fusion de la brasure et la température de formation de l'eutectique nickel-titane puis enfin un refroidissement à début rapide et 20 fin lente de la liaison ainsi constituée.
 - 2. Raccord brasé pour tubulures et éléments de circuits pressurisés de satellite mettant en oeuvre le procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'une des parties est en alliage de titane et l'autre partie en acier inoxydable.
- 25 3. Raccord brasé pour tubulures et éléments de circuits pressurisés de satellite mettant en oeuvre le procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'une des parties est en alliage de titane T40 TA 3 V 2,5 ou TA 6 V et l'autre partie en acier inoxydable Z3CN18-10.
- 4. Raccord brasé pour tubulures et éléments de circuits pressurisés de satellite mettant en oeuvre le procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'une des parties est en alliage de titane et l'autre partie en "INCONEL" ou en ferrochrome.
- 5. Raccord brasé pour liaison de tous éléments de natures métallurgiques selon l'une quelconque des revendications

2 à 4, caractérisé en ce que les pièces appartiennent à des éléments autres que des tubulures et éléments de circuits pressurisés.

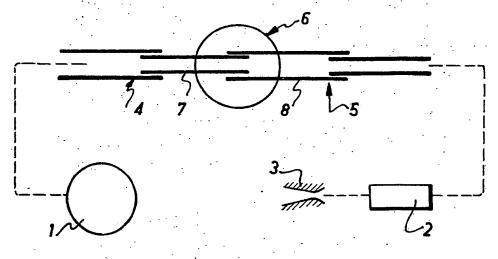
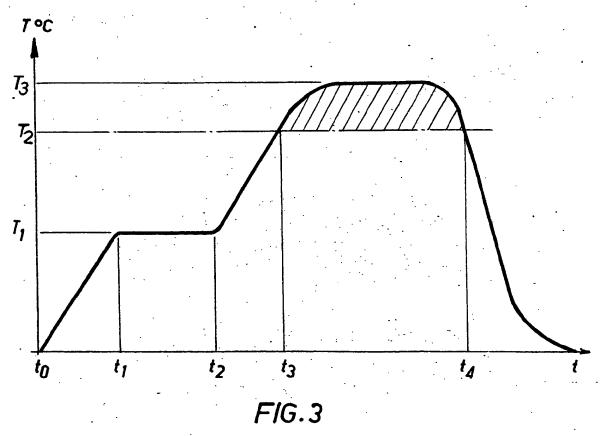
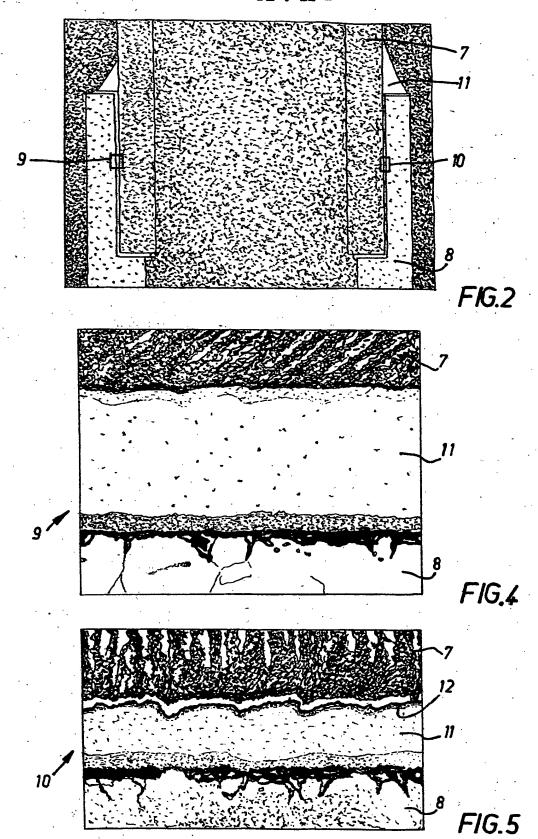


FIG.1



PL : II-2



This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

BLACK BORDERS

| ☐ BLACK BORDERS |
|---|
| ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES |
| ☐ FADED TEXT OR DRAWING |
| BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING |
| ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES |
| ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS |
| ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS |
| ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT |
| ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY |
| OTHER. |

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.